

WEST[Help](#)[Logout](#)[Main Menu](#)[Search Form](#)[Result Set](#)[Show S Numbers](#)[Edit S Numbers](#)[First Hit](#)[Previous Document](#)[Next Document](#)[Full](#)[Title](#)[Citation](#)[Front](#)[Review](#)[Classification](#)[Date](#)[Reference](#)[Claims](#)[KMC](#)**Document Number 2**

Entry 2 of 4

File: JPAB

Mar 14, 1987

PUB-NO: JP362058416A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 62058416 A

TITLE: MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND ITS PRODUCTION

PUBN-DATE: March 14, 1987

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

WAKAI, KUNIO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

HITACHI MAXELL LTD N/A

APPL-NO: JP60198340

APPL-DATE: September 7, 1985

INT-CL (IPC): G11B 5/66; G11B 5/72

ABSTRACT:

PURPOSE: To improve durability and corrosion resistance by providing a protective layer consisting of an org. high-polymer compd. into which at least carbon atoms and nitrogen atoms are incorporated and the concn. of the nitrogen atoms in the surface layer is adjusted to ≥ 40 atom% with regard to the concn. of the carbon atoms on a thin ferromagnetic metallic film layer and providing a lubricating agent layer on the protective film layer.

CONSTITUTION: The protective film layer consisting of the org. high-polymer compd. contg. the carbon atoms is formed on the thin ferromagnetic metallic film layer 12 by exposing the thin ferromagnetic metallic film layer into a gaseous monomer of the org. compd. and executing a plasma polymn. The protective film layer consisting of the org. high polymer compd. into which the carbon atoms and nitrogen atoms are incorporated and the concn. of the nitrogen atoms in the surface layer is adjusted to ≥ 40 atom% with regard to the concn. of the carbon atoms is further provided thereon by exposing the layer 13 to the gaseous monomer or an amino compd. or the gaseous monomer contg. gaseous nitrogen and executing a plasma treatment. The lubricating agent layer is further provided thereon. The lubricating agent layer 14 is thereby securely deposited on the protective film layer consisting of the org. high-polymer compd., by which the coefft. of friction is made substantially small and the running property and durability are improved.

COPYRIGHT: (C)1987,JPO&Japio

[Main Menu](#)[Search Form](#)[Result Set](#)[Show S Numbers](#)[Edit S Numbers](#)

WEST

[Help](#)
[Logout](#)
[Main Menu](#) | [Search Form](#) | [Result Set](#) | [Show S Numbers](#) | [Edit S Numbers](#)
[First Hit](#)
[Previous Document](#)
[Next Document](#)

Full	Title	Citation	Front	Review	Classification	Date	Reference	Claims	KWC
----------------------	-----------------------	--------------------------	-----------------------	------------------------	--------------------------------	----------------------	---------------------------	------------------------	---------------------

Document Number 4

Entry 4 of 4

File: DWPI

Mar 14, 1987

DERWENT-ACC-NO: 1987-112492

DERWENT-WEEK: 198716

COPYRIGHT 2000 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Magnetic recording medium with improved running stability - has ferromagnetic metal layer, organic protecting layer and lubricating layer

PATENT-ASSIGNEE: HITACHI MAXELL KK[HITM]

PRIORITY-DATA:

APPL-NO

APPL-DATE

1985JP-0198340

September 7, 1985

PATENT-FAMILY:

PUB-NO

PUB-DATE

LANGUAGE

PAGES

MAIN-IPC

JP 62058416 A

March 14, 1987

N/A

006

N/A

APPLICATION-DATA:

PUB-NO

APPL-DATE

APPL-NO

APPL-DESCRIPTOR

JP62058416A

September 7, 1985

1985JP-0198340

N/A

INT-CL (IPC): G11B 5/66

ABSTRACTED-PUB-NO: JP62058416A

BASIC-ABSTRACT:

Medium has (1) metal or alloy ferromagnetic layer on substrate, (2) a protecting layer comprising C atom and N atom in whose surface N atom density is above 40% of C atom density, and (3) a lubricating layer.

ADVANTAGE - Friction coefft., still life, running stability and durability are improved.

In an example Co-Ni 80:20 by wt.) ferromagnetic layer was vapour deposited in a thickness of 1500 Angstroms on 10 microns thick polyester film. Tetramethyl-silane monomer gas was plasma-polymerised in a thickness of 150 Angstroms on the Co-Ni ferromagnetic layer. NH3 gas was then plasma-polymerised on the 1st plasma-polymerised layer. Lubricating liq. (stearic acid 0.1 wt.% benzene soln.) was coated in 80 Angstroms thickness on the 2nd plasma-polymerised layer.

ABSTRACTED-PUB-NO: JP62058416A

EQUIVALENT-ABSTRACTS:

CHOSEN-DRAWING: Dwg.1/2

DERWENT-CLASS: A23 A85 L03 M13 T03

CPI-CODES: A12-E08A; L03-B05K1; M13-G02;

EPI-CODES: T03-A01X;

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-58416

⑮ Int.Cl.⁴

G 11 B 5/66
5/72

識別記号

庁内整理番号

7350-5D
7350-5D

⑯ 公開 昭和62年(1987)3月14日

審査請求 未請求 発明の数 2 (全6頁)

⑭ 発明の名称 磁気記録媒体およびその製造方法

⑰ 特 願 昭60-198340

⑱ 出 願 昭60(1985)9月7日

⑲ 発 明 者 若 居 邦 夫 茨木市丑寅1丁目1番88号 日立マクセル株式会社内
⑳ 出 願 人 日立マクセル株式会社 茨木市丑寅1丁目1番88号
㉑ 代 理 人 弁理士 高岡 一春

明 細 書

1. 発明の名称

磁気記録媒体およびその製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 基体上に金属もしくはそれらの合金からなる強磁性金属薄膜層を形成し、この強磁性金属薄膜層上に少なくとも炭素原子と窒素原子を含有させ、かつ表面層の窒素原子の濃度を炭素原子の濃度に対して40原子%以上にした有機高分子化合物からなる保護膜層を設け、さらにこの保護膜層上に潤滑剤層を設けたことを特徴とする磁気記録媒体

2. 強磁性金属薄膜層上に形成した有機高分子化合物からなる保護膜層中にさらに水素原子を含有させた特許請求の範囲第1項記載の磁気記録媒体

3. 強磁性金属薄膜層上に形成した有機高分子化合物からなる保護膜層中にさらに水素原子およびケイ素原子を含有させた特許請求の範囲第1項記載の磁気記録媒体

4. 強磁性金属薄膜層上に形成した有機高分子化合物からなる保護膜層中にさらにフッ素原子を含有させた特許請求の範囲第1項記載の磁気記録媒体

5. 基体上に金属もしくはそれらの合金からなる強磁性金属薄膜層を形成し、次いで、この強磁性金属薄膜層を有機化合物のモノマーガス中にさらし、プラズマ重合を行って、強磁性金属薄膜層上に少なくとも炭素原子を含有する有機高分子化合物からなる保護膜層を形成し、さらにこの有機高分子化合物からなる保護膜層をアミノ化合物のモノマーガスもしくは窒素ガスを含むモノマーガス中にさらし、プラズマ処理して、少なくとも炭素原子と窒素原子を含有し、かつ表面層の窒素原子の濃度を炭素原子の濃度に対して40原子%以上にした有機高分子化合物からなる保護膜層を形成し、しかる後、この有機高分子化合物からなる保護膜層上に潤滑剤層を形成することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法

6. 強磁性金属薄膜層上に形成した有機高分子

化合物からなる保護膜層中にさらに水素原子を含有させた特許請求の範囲第5項記載の磁気記録媒体の製造方法

7. 強磁性金属薄膜層上に形成した有機高分子化合物からなる保護膜層中にさらに水素原子およびケイ素原子を含有させた特許請求の範囲第5項記載の磁気記録媒体の製造方法

8. 強磁性金属薄膜層上に形成した有機高分子化合物からなる保護膜層中にさらにフッ素原子を含有させた特許請求の範囲第5項記載の磁気記録媒体の製造方法

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

この発明は強磁性金属薄膜層を磁気記録層とする磁気記録媒体に関し、さらに詳しくは摩擦係数が小さくて走行性に優れ、かつ耐久性に優れた前記の磁気記録媒体に関する。

(従来の技術)

強磁性金属薄膜層を磁気記録層とする磁気記録媒体は、通常、金属もしくはそれらの合金などを

真空蒸着、スパッタリング等によって基体フィルム上に被着してつくられ、高密度記録に適した特性を有するが、反面磁気ヘッドとの摩擦係数が大きくて摩耗や損傷を受け易く、また空气中で徐々に酸化を受けて最大磁束密度などの磁気特性が劣化するなどの難点がある。

このため、従来から強磁性金属薄膜層上に種々の保護膜層を設けるなどして、耐久性および耐食性を改善することが行われており、たとえば、フッ素系有機化合物やケイ素系有機化合物のプラズマ重合保護膜層を強磁性金属薄膜層上に設けたり(特開昭58-88828号、特開昭58-60427号)、さらにはプラズマ重合保護膜層上に潤滑剤層を設ける(特開昭59-154643号)ことが提案されている。

(発明が解決しようとする問題点)

ところが、これらのプラズマ重合保護膜層を強磁性金属薄膜層上に設けたもの、さらにはプラズマ重合保護膜層上に潤滑剤層を設けたものは、耐久性および耐食性を改善するものの充分でなく、

摩擦係数が十分に小さくならず、磁気ヘッドによる摺動傷も発生しやすいなどの欠点がある。

(問題点を解決するための手段)

この発明はかかる現状に鑑み種々検討を行った結果なされたもので、強磁性金属薄膜層を有機化合物のモノマーガス中にさらし、プラズマ重合を行って、強磁性金属薄膜層上に少なくとも炭素原子を含有する有機高分子化合物からなる保護膜層を形成し、さらにこの有機高分子化合物からなる保護膜層をアミノ化合物のモノマーガスもしくは窒素ガスを含むモノマーガス中にさらし、プラズマ処理して、少なくとも炭素原子と窒素原子を含有し、かつ表面層の窒素原子の濃度を炭素原子の濃度に対して40原子%以上にした有機高分子化合物からなる保護膜層を設け、さらにこの上に潤滑剤層を設けることによって、潤滑剤層を有機高分子化合物からなる保護膜層上に強固に被着させ、摩擦係数を十分に小さくして走行性を充分に向上させるとともに、耐久性を充分に向上させたものである。

この発明において、強磁性金属薄膜層の表面に形成される有機高分子化合物からなる保護膜層は、処理槽内で、炭化水素系化合物、フッ素系有機化合物およびケイ素系有機化合物等のモノマーガスを、高周波によりプラズマ重合させて前記の強磁性金属薄膜層上に析出形成することによって形成される。このプラズマ重合によって保護膜層を形成するのに使用するモノマーガスとしては、たとえば、エチレン、プロピレン等の炭化水素系化合物のモノマーガス、 C_2F_4 等のフッ素系有機化合物のモノマーガスおよびテトラメチルシラン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、ヘキサメチルジシラザン等のケイ素系有機化合物のモノマーガス等が好ましく使用され、これらの有機化合物のモノマーガスは、高周波によりラジカルが生成され、この生成されたラジカルが反応し重合して被膜となる。このラジカルはこれらの有機化合物が二重結合または三重結合を有していたり、また末端に金属元素を有する金属塩化合物であるかあるいはOH基等の官能基を有しているほど生

成しやすいため、これら不飽和結合、金属元素および官能基等を有するものがより好ましく使用される。またこれらのモノマーガスをプラズマ重合する際、アルゴンガス、ヘリウムガスおよび酸素ガス等のキャリアガスを併存させるとモノマーガスを単独でプラズマ重合する場合に比べて3～5倍の速度で析出されるため、これらのキャリアガスを併存させて行うのが好ましい。これらのキャリアガスと併存させる際、その組成割合はキャリアガス対前記有機化合物のモノマーガスの容積比にして1対20～1対1の割合で併存させるのが好ましく、キャリアガスが少なすぎると析出速度が低下し、多すぎるとモノマーガスが少なくなつてプラズマ重合反応に支障をきたす。なお、炭化水素系化合物のモノマーガスを使用するときは、酸素ガスをキャリアガスとして使用すると酸化反応が生じるため、酸素ガスをキャリアガスとして使用するの好ましくない。

プラズマ重合を行う場合のガス圧および高周波の電力は、ガス圧が高くなるほど保護膜層の被着

速度が速くなる反面モノマーガスが架橋密度低くプラズマ重合されて硬い保護膜層が得られず、またガス圧を低くして高周波電力を高くすると被着速度が遅くなる反面架橋密度が比較的高くて硬い保護膜層が得られる。ところが、ガス圧を低くして高周波電力を高くしすぎると、モノマーガスが粉末化してしまい保護膜層が形成されないため、ガス圧を0.005～3トールの範囲内とし、高周波電力を0.03～3 W/cm²の範囲内とするのが好ましく、ガス圧を0.01～1トールとし、高周波電力を0.05～2 W/cm²の範囲内とするのがより好ましい。また、このようなプラズマ重合による保護膜層の形成は、高周波を印加した電極側で行うのがより好ましい。このようにしてプラズマ重合によって被着形成される有機高分子化合物からなる保護膜層は、緻密で摩擦係数も小さく、従つてこの有機高分子化合物からなる保護膜層が形成されると耐久性が向上される。このような有機高分子化合物からなる保護膜層の膜厚は、20～1000 Åの範囲内であることが好ましく、膜厚が薄すぎる

とこの保護膜層による耐久性の効果が充分に発揮されず、厚すぎるとスペーシングロスが大きくなりすぎて電磁変換特性に悪影響を及ぼす。

このようにして形成された有機高分子化合物からなる保護膜層は、次いでアミノ化合物のモノマーガスもしくは窒素ガスを含むモノマーガス中にさらされてプラズマ処理され、窒素原子を表面層に含有させた有機高分子化合物からなる保護膜層が形成される。この表面層に窒素原子を含ませた有機高分子化合物からなる保護膜層の窒素原子の濃度は、保護膜層の表面から保護膜層の厚さの1/20倍に至る表面層で、炭素原子の濃度に対して40原子%以上であることが好ましく、このように表面層に窒素原子を炭素原子の濃度に対して40原子%以上含む有機高分子化合物からなる保護膜層が形成されると、表面層におけるアミノ基等の窒素残基によって、この上にさらに形成される潤滑剤層に対する吸着力が充分に強化され、潤滑剤層が有機高分子化合物からなる保護膜層に強固に被着されて、摩擦係数が充分に低減され、走

行性が向上されるとともに、耐久性が充分に向上される。

このようなプラズマ処理に使用されるアミノ化合物のモノマーガスとしては、アンモニア、メチルアミン、ジメチルアミン、エチルアミン、シクロプロピルアミン、トリメチルシリルジメチルアミンなどのアミノ化合物のモノマーガスが好適なものとして使用され、また、窒素ガスおよび窒素と水素の混合モノマーガス等が好適なものとして使用される。このようなプラズマ処理を行う場合は、ガス圧を0.005～3トールの範囲内とし、高周波電力を0.03～3 W/cm²の範囲内とするのが好ましく、ガス圧を0.01～0.2トールとし、高周波電力を0.05～0.5 W/cm²の範囲内とするのがより好ましい。

このようにアミノ化合物のモノマーガスもしくは窒素ガスを含むモノマーガス中にさらしてプラズマ処理し、表面層に窒素原子を炭素原子の濃度に対して40原子%以上含ませた有機高分子化合物からなる保護膜層上に、さらに被着形成される

潤滑剤層は、潤滑剤を、トルエン、メチルイソブチルケトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン、酢酸エチル、テトラヒドロフラン、ジメチルホルムアミド、ジオキサン、フロンなどの適当な溶剤に溶解し、溶解によって得られた溶液中に前記のプラズマ処理が施された有機高分子化合物からなる保護膜層を浸漬するか、あるいは前記溶液を前記のプラズマ処理が施された有機高分子化合物からなる保護膜層上に塗布または噴霧するなどの方法で行われ、その他、潤滑剤を前記のプラズマ処理が施された有機高分子化合物からなる保護膜層上に真空蒸着するなどの方法でも行われる。

使用される潤滑剤としては、特に限定されないが、たとえば、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸等の脂肪酸、ステアリン酸亜鉛等の脂肪酸金属塩、ステアリン酸アミド等の脂肪酸アミド、ステアリン酸-n-ブチル、ミリスチン酸オクチル等の脂肪酸エステル、ステアリルアルコール、ミリスチルアルコール等の脂肪

族アルコール、トリメチルステアリルアンモニウムクロライド、塩化ステアロイル等の塩化物、ステアリルアミン、ステアリルアミンアセテート、ステアリルアミンハイドロクロライド等のアミン、パーフルオロアルキルカルボン酸等のフッ素系脂肪酸、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_n(\text{CH}_2)_2\text{OH}$ 等のフッ素系脂肪酸エステル、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロアルキルポリエーテル、トリアルキルリン酸エステル等のリン酸エステル、シリコンオイル、変性シリコンオイル、パラフィン、スクアラン、ワックスなどが好適なものとして使用され、これらの潤滑剤はいずれか一種が単独で、あるいは二種以上が混合して使用される。

このような潤滑剤を用いて形成される潤滑剤層の層厚は、20～500Åの範囲内となるようにするのが好ましく、20Åより薄いとその優れた潤滑効果を充分に発揮させて、耐久性を充分に向上させることができず、500Åより厚くするとスเปージングロスが大きくなりすぎて電磁変換特

性に悪影響を及ぼす。

強磁性金属薄膜層の形成材料としては、Co、Fe、Ni、Co-Ni合金、Co-Cr合金、Co-P合金、Co-Ni-P合金などの強磁性材が使用され、これらの強磁性材からなる強磁性金属薄膜層は、真空蒸着、イオンプレーティング、スパッタリング、メッキ等の手段によって基体上に被着形成される。

また、基体としては、ポリエステルフィルム、ポリイミドフィルムなどの合成樹脂フィルム、アルミニウム板およびガラス板等、従来から使用されているものがいずれも好適なものとして使用され、磁気記録媒体としては、これらのポリエステルフィルム、ポリイミドフィルムなどの合成樹脂フィルムを基体として用いた磁気テープ、合成樹脂フィルム、アルミニウム板およびガラス板等からなる円盤を基体として用いた磁気ディスクや磁気ドラムなど、磁気ヘッドと摺接する構造の種々の形態を包含する。

(実施例)

次に、この発明の実施例について説明する。

実施例1～5

厚さ10μmのポリエステルフィルムを真空蒸着装置に装填し、酸素ガス圧1×10⁻⁴トールの残留ガス圧下でコバルト-ニッケル合金(重量比80:20)を加熱蒸発させてポリエステルフィルム上に厚さ1500Åのコバルト-ニッケル合金からなる強磁性金属薄膜層を形成した。次いで、第1図に示すプラズマ処理装置を使用し、強磁性金属薄膜層を形成したポリエステルフィルム1を、処理槽2の原反ロール3からガイドロール4を介して、円筒状キャン5に摺接させながら移動させ、さらにガイドロール6を介して巻き取りロール7に巻き取るようにセットした。次いで、処理槽2に取りつけたガス導入管8から処理槽2内にテトラメチルシランのモノマーガスを50ml/minの流量で導入し、ガス圧0.02トールで電極9に13.56MHzの高周波を200W印加してプラズマ重合を行い、厚さ150Åの保護膜層を形成した。引き続いて、下記第1表に示すアミノ化合物

第1表

	アミノ化合物のプラズマ処理条件		
	アミノ化合物	流 量 (ml/min)	R F 電力 (W)
実施例 1	NH_3	30	20
" 2	NH_3	30	50
" 3	CH_3NH_2	30	50
" 4	CH_3NH_2	30	100
" 5	$\text{C}_3\text{H}_{15}\text{NSi}$	30	100

のモノマーガスを使用して、第1表に示すプラズマ処理条件で、保護膜層の表面をプラズマ処理した。その後、この保護膜層上に、ステアリン酸の0.1重量%ベンゼン溶液を塗布、乾燥して厚さが80Åの潤滑剤層を形成した。しかる後、所定の巾に裁断して、第2図に示すようなポリエステルフィルム1上に強磁性金属薄膜層12、保護膜層13及び潤滑剤14を順次に積層形成した磁気テープAをつくった。なお、第1図中10は処理槽2内を減圧するための排気系であり、11は電極9に高周波を印加するための高周波電源である。

実施例 6

実施例1の保護膜層の形成において、テトラメチルシランのモノマーガスに代えてエチレンのモノマーガスを同量使用した以外は、実施例1と同様にして強磁性金属薄膜層上に、厚さ140Åの保護膜層を形成し、磁気テープAをつくった。

実施例 7

実施例1の保護膜層の形成において、テトラメチルシランのモノマーガスに代えてテトラフルオロエチレンのモノマーガスを同量使用した以外は、実施例1と同様にして強磁性金属薄膜層上に、厚さ150Åの保護膜層を形成し、磁気テープAをつくった。

実施例 8

実施例1のプラズマ処理において、 NH_3 のモノマーガスに代えて、窒素対水素の容積比が1対3の窒素と水素の混合モノマーガスを同量使用した以外は、実施例1と同様にしてプラズマ処理を行い、磁気テープAをつくった。

比較例 1

実施例1において、アミノ化合物のモノマーガスによるプラズマ処理を省いた以外は実施例1と同様にして磁気テープをつくった。

比較例 2

実施例6において、アミノ化合物のモノマーガスによるプラズマ処理を省いた以外は実施例6と同様にして磁気テープをつくった。

比較例 3

実施例7において、アミノ化合物のモノマーガスによるプラズマ処理を省いた以外は実施例7と同様にして磁気テープをつくった。

各実施例および比較例で得られた磁気テープについて、保護膜層の表面層の窒素原子の濃度と炭素原子の濃度を測定して、N（窒素原子の濃度）/C（炭素原子の濃度）の比にして表した。また得られた磁気テープの摩擦係数を測定し、さらにスチル試験を行ってスチル再生寿命を測定し、耐久性を調べた。

下記第2表はその結果である。

第2表

	N / C (原子%)	摩擦係数	スチル寿命 (min)
実施例 1	6 9	0.19	6 0 以上
" 2	7 8	0.17	6 0 以上
" 3	4 3	0.25	3 0
" 4	4 5	0.23	6 0 以上
" 5	3 1	0.32	1 0
" 6	5 2	0.27	3 0
" 7	5 7	0.24	3 0
" 8	7 1	0.18	6 0 以上
比較例 1	0	0.37	5
" 2	0	0.42	5 以下
" 3	0	0.41	5 以下

8で得られた磁気テープは、いずれも実施例5、比較例1～3で得られた磁気テープに比し、摩擦係数が小さくて、スチル再生寿命が長く、このことからこの発明によって得られる磁気記録媒体は、摩擦係数が十分に小さくて走行性に優れ、かつ耐久性に優れていることがわかる。

4. 図面の簡単な説明

第1図はプラズマ処理装置の1例を示す概略断面図、第2図はこの発明によって得られた磁気テープの部分拡大断面図である。

1…ポリエステルフィルム(基体)、12…強磁性金属薄膜層、13…保護膜層、14…潤滑剤層、A…磁気テープ(磁気記録媒体)

特許出願人 日立マクセル株式会社

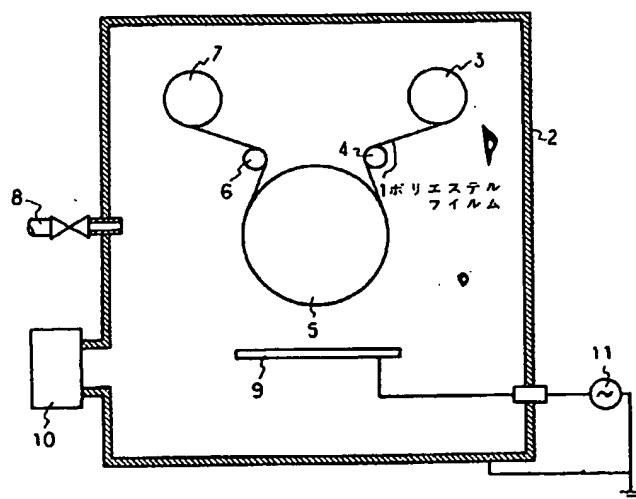
代理人 高岡一



(発明の効果)

上表から明らかなように、実施例1～4、6～

第1図



第2図

